

DOCKET NO.: 263040US0XPCT

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Tomohiro YAMAGUCHI, et al.

SERIAL NO.: NEW U.S. PCT APPLICATION

FILED: HERewith

INTERNATIONAL APPLICATION NO.: PCT/JP03/08414

INTERNATIONAL FILING DATE: July 2, 2003

FOR: METHOD FOR REMOVING SOLVENT FROM POLYMER SOLUTION AND
APPARATUS FOR REMOVING SOLVENT FROM POLYMER SOLUTION

REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119
AND THE INTERNATIONAL CONVENTION

Commissioner for Patents
Alexandria, Virginia 22313

Sir:

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicant claims as priority:

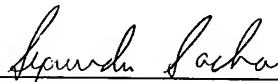
COUNTRY
Japan

APPLICATION NO
2002-194913

DAY/MONTH/YEAR
03 July 2002

Certified copies of the corresponding Convention application(s) were submitted to the International Bureau in PCT Application No. PCT/JP03/08414. Receipt of the certified copy(s) by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

Respectfully submitted,
OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.



Norman F. Oblon
Attorney of Record
Registration No. 24,618
Surinder Sachar
Registration No. 34,423

Customer Number

22850

(703) 413-3000
Fax No. (703) 413-2220
(OSMMN 08/03)

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

Rec'd PCT/PTO 23 DEC 2004
PCT/JPO3/08414
1003/150

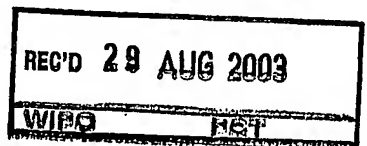
08.08.03
107517761

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日
Date of Application:

2002年 7月 3日



出願番号
Application Number:

特願2002-194913

[ST.10/C]:

[JP2002-194913]

出願人
Applicant(s):

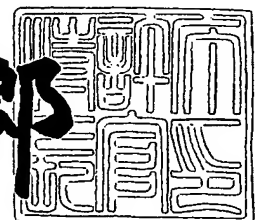
ジェイエスアール株式会社
財団法人国際環境技術移転研究センター

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 5月13日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

太田信一郎



BEST AVAILABLE COPY

出証番号 出証特2003-3035121

【書類名】 特許願

【整理番号】 P2660-0037

【提出日】 平成14年 7月 3日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C08F 6/10
B01D 1/00

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都中央区築地二丁目 1 1 番 2 4 号 ジェイエスアール株式会社内

 【氏名】 山口 智大

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都中央区築地二丁目 1 1 番 2 4 号 ジェイエスアール株式会社内

 【氏名】 内村 和美

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都中央区築地二丁目 1 1 番 2 4 号 ジェイエスアール株式会社内

 【氏名】 和田 剛史

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都中央区築地二丁目 1 1 番 2 4 号 ジェイエスアール株式会社内

 【氏名】 熊井 現二

【特許出願人】

 【識別番号】 000004178

 【氏名又は名称】 ジェイエスアール株式会社

【特許出願人】

 【識別番号】 591288355

 【氏名又は名称】 財団法人国際環境技術移転研究センター

【代理人】

【識別番号】 100094190

【弁理士】

【氏名又は名称】 小島 清路

【電話番号】 052-682-8361

【選任した代理人】

【識別番号】 100111752

【弁理士】

【氏名又は名称】 谷口 直也

【電話番号】 052-682-8361

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 019471

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9808090

【包括委任状番号】 0103242

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 ポリマー溶液の脱溶媒方法及び装置

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 ポリマー溶液とスチームとを接触させてスチームストリッピングにより溶媒を除去する脱溶媒方法において、該スチームの一部を、該ポリマー溶液を脱溶媒タンクに移送する配管に供給する工程と、該スチームの残部を該脱溶媒タンク内に供給する工程とを備えることを特徴とするポリマー溶液の脱溶媒方法。

【請求項 2】 上記スチームの全量を 100 質量%とした場合に、上記配管に供給されるスチームが 10～90 質量%である請求項 1 に記載のポリマー溶液の脱溶媒方法。

【請求項 3】 上記ポリマー溶液に含有されるポリマーが、ブタジエンゴム、イソプレンゴム、スチレン・ブタジエンゴム、スチレン・イソプレンゴム、エチレン・ α -オレフィン共重合ゴム、エチレン・ α -オレフィン・非共役ジエン共重合ゴム、ブチルゴム、スチレン・ブタジエン・スチレンブロック共重合体、水素添加スチレン・ブタジエン・スチレンブロック共重合体、ブタジエン樹脂又はアクリル樹脂である請求項 1 又は 2 に記載のポリマー溶液の脱溶媒方法。

【請求項 4】 上記溶媒が、シクロヘキサン、シクロペンタン、シクロヘプタン、トルエン、ベンゼン、キシレン、*n*-ヘキサン、*n*-ペンタン、イソペンタン、*n*-ヘプタン、*n*-オクタン、*n*-デカン、ジクロロメタンのうちの少なくとも 1 種である請求項 1 乃至 3 のうちのいずれか 1 項に記載のポリマー溶液の脱溶媒方法。

【請求項 5】 上記溶媒の圧力 0.1 MPa における沸点が 30～150℃である請求項 1 乃至 4 のうちのいずれか 1 項に記載のポリマー溶液の脱溶媒方法。

【請求項 6】 上記脱溶媒タンクに上記ポリマー溶液を連続的に供給し、且つ該ポリマー溶液に含有されていたポリマーの回収を連続的に行う請求項 1 乃至 5 のうちのいずれか 1 項に記載のポリマー溶液の脱溶媒方法。

【請求項 7】 上記配管に供給されるスチーム量が、上記溶媒の蒸発に必要な

な理論量の 0.5 ～ 2 倍である請求項 1 乃至 5 のうちのいずれか 1 項に記載のポリマー溶液の脱溶媒方法。

【請求項 8】 脱溶媒タンクと、一端側が該脱溶媒タンクに開口し、ポリマー溶液を該脱溶媒タンクに移送するための配管と、一端側が該脱溶媒タンクに開口するスチーム供給用配管とを備えることを特徴とする装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、ポリマー溶液の脱溶媒方法及び装置に関する。更に詳しくは、溶液重合により生成するポリマー溶液から溶媒を効率よく除去する脱溶媒方法及び装置に関する。

【0002】

【従来の技術】

溶液重合により生成するポリマー溶液に含有されるポリマーの回収は、通常、このポリマー溶液を水洗し、触媒残渣等を分解して除去した後、脱揮処理し、ポリマー溶液から溶媒及び未反応モノマー、又は残留する少量の水等の揮発成分を除去することにより行われる。また、脱揮処理においては、従来より、フラッシュ蒸発法等によってポリマー溶液を予め濃縮し、その後、スチームストリッピングによる脱溶媒が行われる。このスチームストリッピングは、脱溶媒タンクに通常その底部よりスチームを供給し、溶媒とスチームとを接触させることにより行われる。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

しかし、1 基の脱溶媒タンクに底部等からスチームを供給するスチームストリッピング法では、系内が平衡状態となり効率よく脱溶媒することができない傾向にある。また、気液混合器等を用いたスチームを供給する方法による脱溶媒においても、同様に効率よく脱溶媒することが困難である。

本発明は、溶液重合法により生成するポリマー溶液から溶媒を効率よく除去するポリマー溶液の脱溶媒方法及びこの脱溶媒に用いる装置を提供することを目的

とする。

【 0 0 0 4 】

【課題を解決するための手段】

系内が平衡状態になることによる脱溶媒効率の低下を抑えるため、系内の気相と液相とを異なる平衡状態にし、擬似的に多段に脱溶媒することを試みた。具体的には、スチームの一部を配管に供給し、残部を脱溶媒タンクの底部から供給し、液相に含まれる気泡中の溶媒分圧を低下させ、脱溶媒効率の向上を図った。この方法では、配管で溶媒が気化した後、脱溶媒タンクに投入されたクラムを含有するスラリーには攪拌によって溶媒蒸気が混入してくるが、底部からスチームが供給されるため、液相における溶媒分圧が気相側より低くなり、更に脱溶媒され、全体としてより効率よく脱溶媒が行われる。

本発明は、このような知見に基づきなされたものである。

【 0 0 0 5 】

本発明のポリマー溶液の脱溶媒方法は、ポリマー溶液とスチームとを接触させてスチームストリッピングにより溶媒を除去する脱溶媒方法において、該スチームの一部を、該ポリマー溶液を脱溶媒タンクに移送する配管に供給する工程と、該スチームの残部を該脱溶媒タンク内に供給する工程とを備えることを特徴とする。

また、上記スチームの全量を 1 0 0 質量%とした場合に、上記配管に供給されるスチームが 1 0 ~ 9 0 質量%である脱溶媒方法とすることができる。

更に、上記ポリマー溶液に含有されるポリマーが、ブタジエンゴム、イソプレングム、スチレン-ブタジエンゴム、スチレン-イソプレングム、エチレン・ α -オレフィン共重合ゴム、エチレン・ α -オレフィン・非共役ジエン共重合ゴム、ブチルゴム、スチレン-ブタジエン-スチレンブロック共重合体、水素添加スチレン-ブタジエン-スチレンブロック共重合体、ブタジエン樹脂又はアクリル樹脂である脱溶媒方法とすることができる。

また、上記溶媒が、シクロヘキサン、シクロペンタン、シクロヘプタン、トルエン、ベンゼン、キシレン、 n -ヘキサン、 n -ペンタン、イソペンタン、 n -ヘプタン、 n -オクタン、 n -デカン、ジクロロメタンのうちの少なくとも 1 種

である脱溶媒方法とすることができる。

更に、上記溶媒の常圧（0.1MPa）における沸点が30～150℃である脱溶媒方法とすることができる。

また、上記脱溶媒タンクに上記ポリマー溶液を連続的に供給し、且つ該ポリマー溶液に含有されていたポリマーの回収を連続的に行う脱溶媒方法とすることができる。

更に、上記配管に供給されるスチーム量が、上記溶媒の蒸発に必要な理論量の0.5～2倍である脱溶媒方法とすることができる。

本発明の装置は、脱溶媒タンクと、一端側が該脱溶媒タンクに開口し、ポリマー溶液を該脱溶媒タンクに移送するための配管と、一端側が該脱溶媒タンクに開口するスチーム供給用配管とを備えることを特徴とする。

【0006】

【発明の実施の形態】

以下、本発明を詳しく説明する。

上記「ポリマー溶液」としては、溶液重合により生成するポリマーと溶媒とを含有する溶液を使用することができる。

このポリマーとしては、溶液重合により生成するポリマーであれば特に限定されないが、例えば、ブタジエンゴム、イソプレングム、スチレン・ブタジエンゴム等のスチレン・ブタジエン共重合体、スチレン・イソプレングム等のスチレン・イソブレン共重合体、エチレン・ α -オレフィン共重合ゴム、エチレン・ α -オレフィン・非共役ジエン共重合ゴム等のエチレン・ α -オレフィン系共重合体、ブチルゴム、スチレン・ブタジエン・スチレンブロック共重合体、水素添加スチレン・ブタジエン・スチレンブロック共重合体、ブタジエン樹脂又はアクリル樹脂等が挙げられる。これらのうち好ましくはブタジエンゴム、スチレン・ブタジエンゴム、スチレン・ブタジエン・スチレンブロック共重合体、水素添加スチレン・ブタジエン・スチレンブロック共重合体が挙げられる。

尚、効率よく脱溶媒するためには、ポリマーの数平均分子量（ M_n ）が5,000～5,000,000、特に20,000～1,000,000、更には50,000～500,000であることが好ましい。

【0007】

また、溶媒の種類は特に限定されないが、溶液重合において一般に用いられるシクロヘキサン、シクロペンタン、シクロヘプタン等の脂環族炭化水素溶媒、トルエン、キシレン、ベンゼン等の芳香族炭化水素溶媒、*n*-ヘキサン、*n*-ペンタン、イソペンタン、*n*-ヘプタン、*n*-オクタン、*n*-デカン等の脂肪族炭化水素溶媒、及びジクロロメタン等のハロゲン化炭化水素溶媒などが挙げられる。これらのうち好ましくは*n*-ヘキサン、*n*-ヘプタン、シクロヘキサン及びトルエンが挙げられる。この溶媒は1種のみであってもよく、2種以上の溶媒を含む混合溶媒であってもよい。

この溶媒は、圧力0.1MPaにおける沸点が30～150℃、特に60～120℃であることが好ましい。この範囲の沸点を有する溶媒であれば、脱溶媒時に水と容易に共沸し、より容易に十分な脱溶媒を行うことができる。

【0008】

更に、脱溶媒に供する際のポリマー溶液の粘度は特に限定されないが、効率よく脱溶媒するためには、0.001～300Pa・秒、特に0.005～200Pa・秒、更には0.01～100Pa・秒であることが好ましい。また、ポリマーの含有量も特に限定されないが、ポリマー溶液を100質量%とした場合に、0.1～80質量%、特に1～50質量%、更には5～30質量%であることが好ましい。この含有量が過多であると配管等が閉塞することがあり、過少であるとポリマーを効率よく回収するという観点から好ましくない。

【0009】

上記「スチーム」の一部はポリマー溶液を脱溶媒タンクに移送する配管に供給され、配管内で気化し、ポリマー溶液が脱溶媒タンクの上部の気相部に投入された際、この気化した溶媒の大部分がポリマーから分離され、脱溶媒される。また、溶媒が分離され、少量の溶媒が残留するポリマーは脱溶媒タンクの下部の液相部に落下し混入され、この液相部に供給されるスチームの残部によるスチームストリップングにより更に脱溶媒される。スチームを配管及び脱溶媒タンクの底部等に供給する方法により効率よく脱溶媒することができる。例えば、この脱溶媒により残留溶媒濃度を3質量%以下、特に2.5質量%以下、更には2質量%以

下にまで効率よく低下させることができる。

【0010】

尚、ポリマー溶液を脱溶媒タンクに移送する配管の構造及びこの配管にスチームを供給する方法は特に限定されないが、例えば、図1のように、図2にその外観を拡大して示す気液混合器をポリマー溶液移送用配管2に配設することができる。このようにポリマー溶液移送用配管2に気液混合器21を配設した場合は、ポリマー溶液移送用配管2内のポリマー溶液に、気液混合器用スチーム供給配管212からスチームを供給し、ポリマーとスチームとを十分に接触させることにより、ポリマーを数mm、特に4～7mm程度の径のクラムにしてより効率よく脱溶媒することができ好ましい。

【0011】

配管に供給されるスチームの圧力及び温度は本発明の効果が損なわれないう限り特に限定されないが、圧力はゲージ圧で0.1～10MPa、特に0.2～2MPaであることが好ましく、温度は110～420℃、特に140～300℃であることが好ましい。

【0012】

配管に供給されるスチーム量は、溶媒を蒸発させるのに必要な理論量の0.5～2倍、特に0.7～1.5倍、更には0.8～1.2倍であることが好ましく、実質的に理論量（理論量の0.9～1.1倍）であることがより好ましい。ここで、理論量とは溶媒を蒸発させるのに必要な熱量（全潜熱分と全顕熱分との合計）を有するスチーム量を意味する。配管に供給されるスチームによりポリマー溶液が配管から脱溶媒タンクに投入される際に溶媒が分離され易く、脱溶媒タンクにおけるスチームストリッピングによる脱溶媒と併せて、回収されるポリマーに残留する溶媒を十分に低減することができる。溶媒を蒸発（気化）させるのに必要なスチームの理論量は、溶媒の種類及び供給されるポリマー溶液の温度等によっても変化するが、通常、溶媒に対して質量比で0.2～0.4である。例えば、シクロヘキサンの場合、この理論量は0.25～0.32程度である。

【0013】

また、スチームの全量を100質量%とした場合に、配管に供給されるスチー

ムは、溶媒の種類及び脱溶媒タンクの基数等にもよるが10～90質量%とすることが好ましい。この配管に供給されるスチーム量は溶媒の蒸発に必要な理論量に近いことが好ましく、スチームの全量が溶媒100質量部に対して100質量部以上と多い場合は、配管に供給すべきスチーム量の割合は小さくなり、スチームの全量が少ない場合（100質量部未満）は配管に供給すべきスチーム量の割合が大きくなる。具体的には、溶媒に対する全スチーム量が溶媒100質量部に対して100質量部以上と多い場合は、全スチーム量100質量%のうちの10～50質量%、特に15～40質量%を配管に供給することが好ましい。一方、溶媒に対する全スチーム量が少ない（100質量部未満）場合は、全スチーム量100質量%のうちの20～90質量%、特に30～80質量%を配管に供給することが好ましい。

【0014】

尚、配管及び脱溶媒タンクに供給されるスチームの合計量は、溶媒の種類及び目標とする残留溶媒濃度等にもよるが、ポリマー溶液に含有される溶媒を100質量部とした場合に、脱溶媒タンクが1基である場合は、50～200質量部、特に60～150質量部であることが好ましい。スチームの合計量が50質量部未満であるときは、十分に脱溶媒することができない傾向にある。また、2基以上（通常、3基以下）の脱溶媒タンクが接続され、各々の脱溶媒タンクでスチームストリッピングが行われる場合は、全スチーム量を減らすことができ、スチームの合計量は30～100質量部、特に30～70質量部とすることができる。スチームの合計量が30質量部未満であるときは、十分に脱溶媒することができない傾向にある。

【0015】

本発明の装置は、脱溶媒タンクと、一端側が脱溶媒タンクに開口し、ポリマー溶液を脱溶媒タンクに移送するための配管と、一端側が脱溶媒タンクに開口するスチーム供給用配管とを備える。以下、このポリマー溶液の脱溶媒に用いる装置及び脱溶媒方法の一例について図1を用いて具体的に説明する。

ポリマータンク4は、重合槽又はポリマー溶液を貯蔵する中間タンクであり、通常、ポリマータンク用攪拌翼41を備える。ポリマー溶液は、ポリマータンク

4 からポンプ 5 により送出され、流量計 6 により計量され、所定量のポリマー溶液がポリマー溶液移送用配管 2 内を移送される。このポンプとしては、定量ポンプが使用される。この定量ポンプとしては、例えば、ギアポンプ、ダイヤフラムポンプ、プランジャーポンプ等が挙げられる。

【 0 0 1 6 】

その後、ポリマー溶液は、気液混合器 2 1 に供給され、気液混合器 2 1 の内部において、気液混合器用スチーム源 2 1 1 から供給されるスチームとポリマー溶液とが十分に接触して溶媒が気化し、ポリマーはクラム状となり、脱溶媒タンク 1 の気相部に投入された際に、気化した溶媒がポリマーから分離される。次いで、クラムは脱溶媒タンク 1 の液相部に落下し混入され、この液相部は脱溶媒タンク用攪拌翼 1 3 により攪拌され、且つ脱溶媒タンク用スチーム源 1 1 から供給されるスチームによるスチームストリッピングにより更に脱溶媒され、脱溶媒されたポリマーが脱溶媒タンク 1 から抜き取られ、回収ポリマー移送用配管 3 内を移送され、回収される。また、脱溶媒タンク 1 の頂部からはポリマー溶液から除去された溶媒が回収され、冷却器 7 により冷却されて液化した後、デカンター 8 に移送される。このデカンター 8 内で溶媒と固形分とが分離され、溶媒は精製された後、回収される。

【 0 0 1 7 】

尚、脱溶媒タンク用攪拌翼 1 3 としては、従来から使用されているもの、例えば、ディスクタービン翼、傾斜パドル翼などを用いることができる。また、図 3 のコーンケーブ型攪拌翼 1 3 a を好ましく使用することができる。このコーンケーブ型攪拌翼 1 3 a を用いた場合は、スチームの拡散が良好であり、ポリマーとスチームとの接触が十分になされ、より効率よく脱溶媒を行うことができ、脱溶媒に要するスチーム量を低減することもできる。

【 0 0 1 8 】

また、脱溶媒タンク 1 内の液相部へのスチームは、脱溶媒タンク 1 の底部から供給しても、側部から供給してもよいが、ポリマーの全量を均等に脱溶媒するためには底部から供給することが好ましい。更に、脱溶媒タンク用スチーム供給配管 1 2 の脱溶媒タンク 1 における開口部は、配管がそのまま開口する単純なもの

であってもよいが、スチームがより高速で供給される構造とすることもできる。例えば、配管の径に比べて小さい径を有する多数の孔が、特に環状に配設され、開口している構造であってもよい。また、配管に比べて小さい径を有する複数の細管が、特に脱溶媒タンク 1 の周方向において同一方向に開口している構造であってもよい。

【 0 0 1 9 】

【実施例】

以下、実施例により本発明を具体的に説明する。

実験例 1

反応溶媒として 9 0 質量%のシロクヘキサンと 1 0 質量%の n-ヘプタンとからなる混合溶媒を使用し、重合開始剤として n-ブチルリチウムを用いてスチレンとブタジエンとを共重合させて得られたスチレン・ブタジエン共重合体（スチレン含量；1 0 質量%）を 2 0 質量%含有するポリマー溶液を図 1 に示す装置により脱溶媒した。即ち、ポリマータンク 4（ステンレス鋼製、内容積 3 m^3 ）内のスチレン・ブタジエン共重合体溶液を攪拌しつつポンプ 5（プランジャーポンプ）により送出し、気液混合器 2 1 に 1 3 0 リットル/時間の速度で供給した。また、気液混合器 2 1 には同時にスチーム源 2 1 1 よりスチーム【圧力（ゲージ圧）1. 2 MP a、温度 2 2 0 °C（以下、スチームの圧力、温度ともに同じ）】を供給し溶媒を気化させた。その後、このポリマー溶液をポリマー溶液移送用配管 2 により脱溶媒タンク 1（ステンレス鋼製、内容積 2 m^3 ）の気相部に投入して脱溶媒し、同時に脱溶媒タンク 1 の底部よりスチームを供給し、スチームストリッピングにより更に脱溶媒した。

【 0 0 2 0 】

スチームは、ポリマー溶液に含有される溶媒を 1 0 0 質量部とした場合に、気液混合器への供給量と脱溶媒タンクへの供給量との合計が 1 0 0 質量部となるようにし、且つそれぞれの供給量を表 1 のように変量した。尚、この実験例において溶媒量に対するスチームの合計量の理論量は 0. 2 7 である。

尚、脱溶媒タンク内の圧力はゲージ圧で 0. 0 4 MP a とした。

【 0 0 2 1 】

実験例 2

ポリマー溶液に含有される溶媒を 1 0 0 質量部とした場合に、気液混合器に供給されるスチーム量と脱溶媒タンクに供給されるスチーム量との合計が 1 5 0 質量部となるようにし、且つそれぞれの供給量を表 1 のように変量した他は実験例 1 と同様にして脱溶媒した。

【 0 0 2 2 】

実験例 3

反応溶媒として 9 0 質量%のシロクヘキサンと 1 0 質量%の n-ヘプタンとからなる混合溶媒を使用し、重合開始剤として n-ブチルリチウムを用いてスチレンとブタジエンとを共重合させて得られたスチレン・ブタジエンゴム（スチレン含量； 3 5 質量%）を 1 5 質量%含有するポリマー溶液を使用し、ポリマー溶液に含有される溶媒を 1 0 0 質量部とした場合に、気液混合器に供給されるスチーム量と脱溶媒タンクに供給されるスチーム量との合計が 7 0 質量部となるようにし、且つそれぞれの供給量を表 1 のように変量した他は実験例 1 と同様にして脱溶媒した。

尚、これら実験例 1 ～ 3 において、脱溶媒後のポリマーの残留溶媒濃度とは乾燥ポリマー中の溶媒濃度のことであり、ガスクロマトグラフィー（F I D を備える装置）により求めた。

以上、実験例 1 ～ 3 の結果を表 1 に併記する。

【 0 0 2 3 】

【表 1】

表 1

	全スチーム量 (質量部)	スチーム供給量 (質量%)		残留溶媒濃度 (質量%)
		気液混合器	脱溶媒タンク	
実施例 1	100 質量部	0 (0)	100 (100)	2.9
		20 (20)	80 (80)	2.2
		30 (30)	70 (70)	1.7
		40 (40)	60 (60)	2.4
		50 (50)	50 (50)	2.4
		100 (100)	0 (0)	3.7
実施例 2	150 質量部	0 (0)	150 (100)	1.6
		20 (13.3)	130 (86.7)	1.4
		30 (20)	120 (80)	1.2
		150 (100)	0 (0)	1.5
実施例 3	70 質量部	0 (0)	70 (100)	3.2
		30 (42.9)	40 (57.1)	1.7
		40 (57.1)	30 (42.9)	1.9
		50 (71.4)	20 (28.6)	3.0
		70 (100)	0 (0)	3.9

スチーム供給量の欄の括弧内の数値は、スチームの全量を 100 質量%とした場合の、気液混合器及び脱溶媒タンクの各々に供給されるスチーム量の割合（単位；質量%）である。

【0024】

表1の結果によれば、実験例1～3のいずれにおいても残留溶媒濃度は1.2～1.7質量%にまで低下させ得ることが分かる。特に、実験例2のように溶媒に対する全スチーム量を150質量部と多量のスチームを供給した場合は、残留溶媒濃度がより低くなることが分かる。

【0025】

また、実験例2における気液混合器へのスチーム量/全スチーム量 (S_f / S_t) を変化させた場合の、残留溶媒濃度を表す図4によれば、 S_f / S_t が0.3のときに残留溶媒濃度が最も少なくなる。この0.3、即ち、30質量部のスチームは溶媒の蒸発に必要な理論量に近似の供給量であり、 S_f / S_t がこれより大きくなっても小さくなっても残留溶媒濃度が増加していることが分かる。

【0026】

【発明の効果】

本発明のポリマー溶液の脱溶媒方法によれば、ポリマー溶液から溶媒を効率よく除去することができる。

また、スチームの全量を100質量%とした場合に、配管に供給されるスチームが10～90質量%であるときは、溶媒をより効率よく除去することができる。

更に、ポリマー溶液に含有されるポリマーが、特定のものである場合は、より残留溶媒の少ないポリマーが得られる。

また、溶媒が特定のものである場合は、より容易に残留溶媒濃度を低下させることができる。

更に、溶媒の圧力0.1MPaにおける沸点が特定の範囲内である場合は、スチームとの接触による脱溶媒をより効率よく行うことができる。

また、脱溶媒タンクへのポリマー溶液の供給、及びポリマー溶液からのポリマーの回収を連続的行った場合は、残留溶媒の少ないポリマーを効率よく得ることができる。

更に、配管に供給するスチーム量が、溶媒の蒸発に必要な理論量の0.5～2倍である場合は、より確実に脱溶媒することができる。

本発明の装置によれば、簡易な装置でありながら、ポリマー溶液から溶媒を効

率よく除去することができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

脱溶媒の評価に用いた装置の模式図である。

【図 2】

気液混合器の一例を示す平面図である。

【図 3】

脱溶媒タンクに配設されるコーンケーブ型攪拌翼の斜視図である。

【図 4】

気液混合器に供給されたスチーム量と、残留溶媒濃度との相関を表すグラフである。

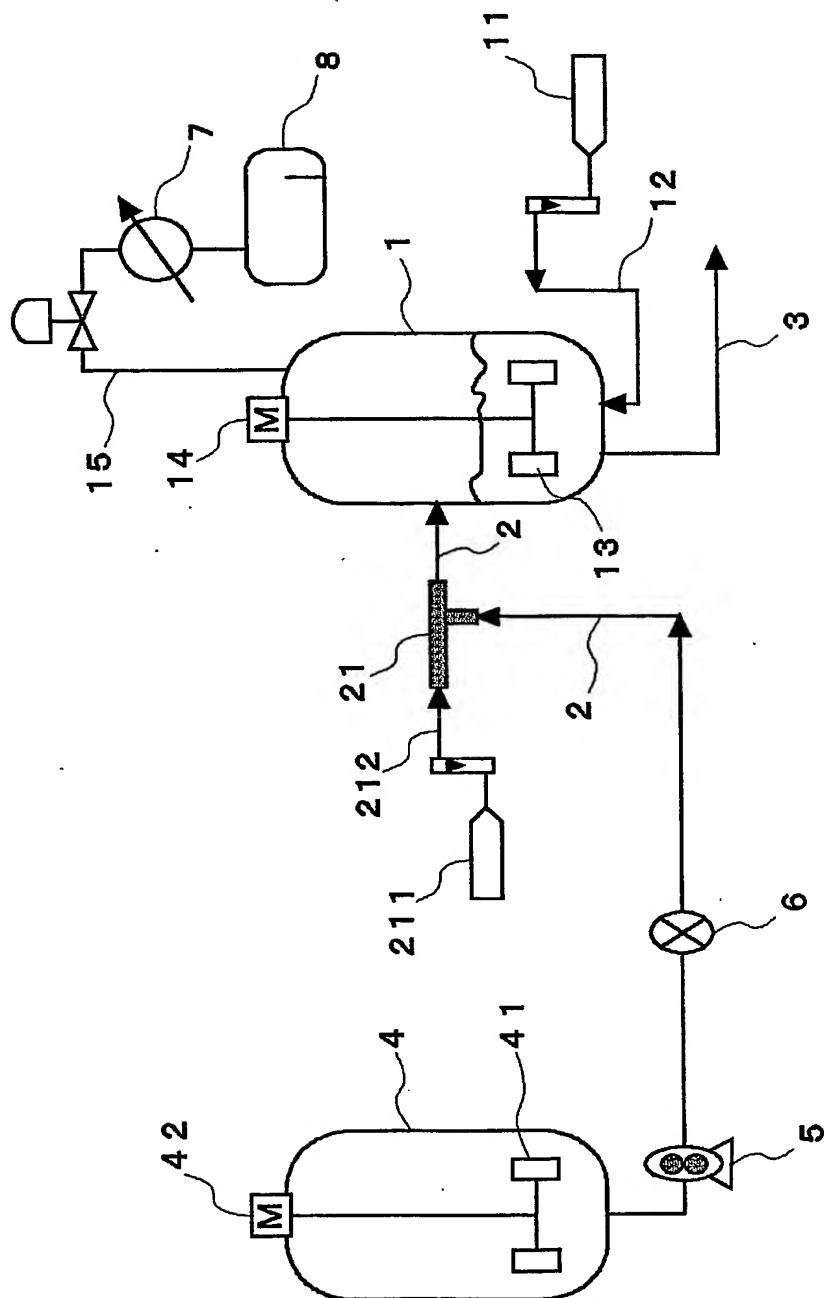
【符号の説明】

1 ; 脱溶媒タンク、 1 1 ; 脱溶媒タンク用スチーム源、 1 2 ; 脱溶媒タンク用スチーム供給配管、 1 3 ; 脱溶媒タンク用攪拌翼、 1 3 a ; コーンケーブ型攪拌翼、 1 4 ; 脱溶媒タンク用モータ、 1 5 ; 溶媒回収用配管、 2 ; ポリマー溶液移送用配管、 2 1 ; 気液混合器、 2 1 1 ; 気液混合器用スチーム源、 2 1 2 ; 気液混合器用スチーム供給配管、 3 ; 回収ポリマー移送用配管、 4 ; ポリマータンク、 4 1 ; ポリマータンク用攪拌翼、 4 2 ; ポリマータンク用モータ、 5 ; ポンプ、 6 ; 流量計、 7 ; 冷却器、 8 ; デカンター。

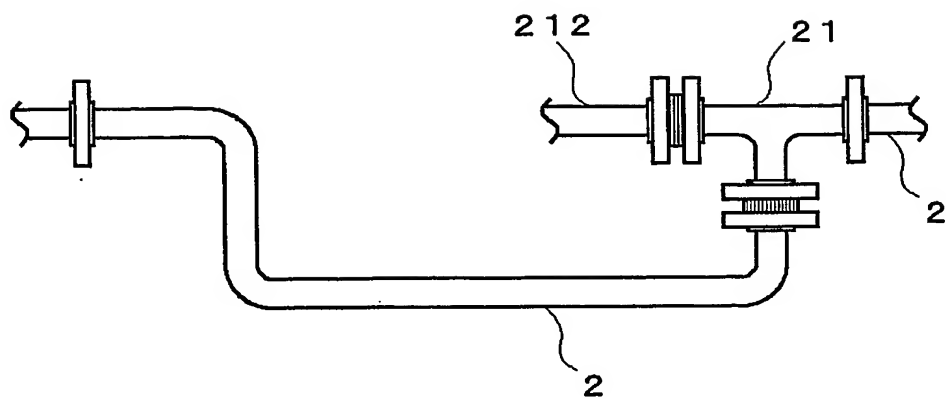
【書類名】

図面

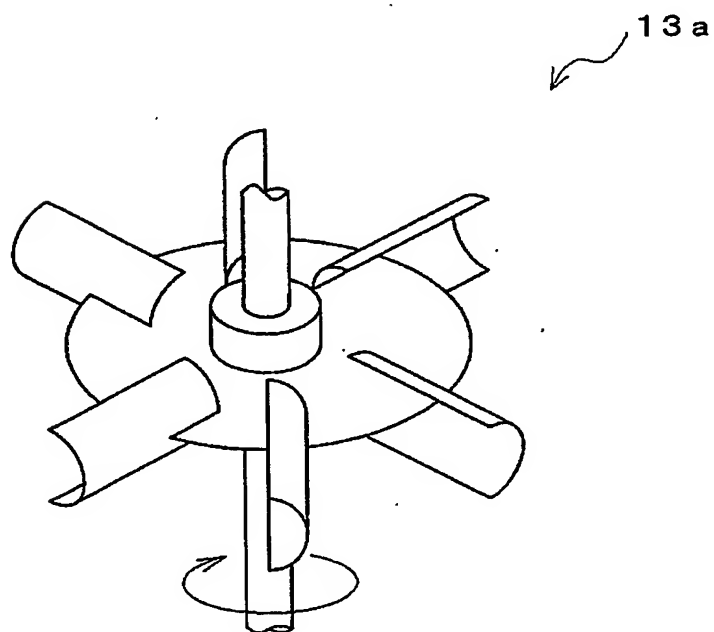
【図1】



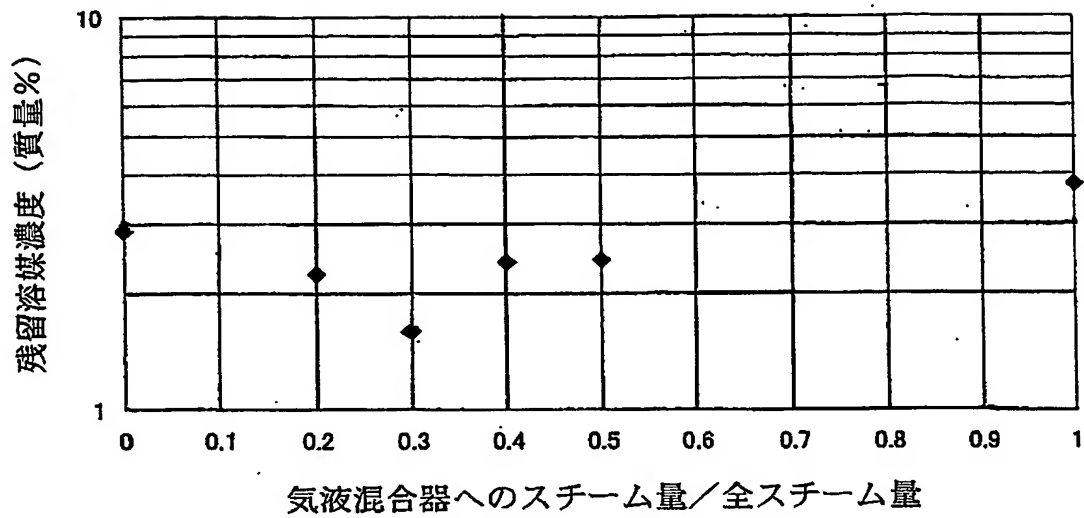
【図 2】



【図 3】



【図4】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 溶液重合により生成するポリマー溶液から溶媒を効率よく除去する脱溶媒方法及び装置を提供する。

【解決手段】 本発明のポリマー溶液の脱溶媒方法は、ポリマー溶液とスチームとを接触させてスチームストリッピングにより溶媒を除去する脱溶媒方法において、スチームの一部を、ポリマー溶液を脱溶媒タンク 1 に移送する配管 2 に供給する工程と、スチームの残部を脱溶媒タンク内に供給する工程とを備える。特に、スチームの全量を 1 0 0 質量%とした場合に、配管に供給されるスチームが 1 0 ～ 9 0 質量%であることが好ましい。ポリマー溶液に含有されるポリマーとしては、ブタジエンゴム、スチレン・ブタジエンゴム、エチレン・ α -オレフィン・非共役ジエン共重合ゴム等の各種のものが挙げられる。また、溶媒は、*n*-ヘキサン、*n*-ヘプタン、シクロヘキサン、トルエン等であることが好ましい。

【選択図】 図 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000004178]

1. 変更年月日	1997年12月10日
[変更理由]	名称変更
住 所	東京都中央区築地2丁目11番24号
氏 名	ジェイエスアール株式会社

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [591288355]

1. 変更年月日 1994年 2月17日

[変更理由] 住所変更

住 所 三重県四日市市桜町3690番地の1
氏 名 財団法人国際環境技術移転研究センター